



(11) Numéro de publication : **0 452 177 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt : **91400784.4**

(51) Int. Cl.⁶ : **F25J 3/04**

(22) Date de dépôt : **22.03.91**

(30) Priorité : **10.04.90 FR 9004566**

(43) Date de publication de la demande :
16.10.91 Bulletin 91/42

(84) Etats contractants désignés :
BE DE ES FR GB IT NL SE

(71) Demandeur : **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE**
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(72) Inventeur : **Darchis, François, Liquid Air Corporation**
California Plaza, 2121 North California Bld
99404 Walnut Creek, CA 94596 (US)
Inventeur : **Venet, François**
36, rue Jouffroy
F-75017 Paris (FR)
Inventeur : **Girault, Jean-Louis**
16, quai de Rome
B-4000 Liège (BE)
Inventeur : **Grenier, Maurice**
3, rue Camille Tahan
F-75018 Paris (FR)
Inventeur : **Jozon, Patrick**
123, rue Anatole France
F-92300 Levallois Perret (FR)

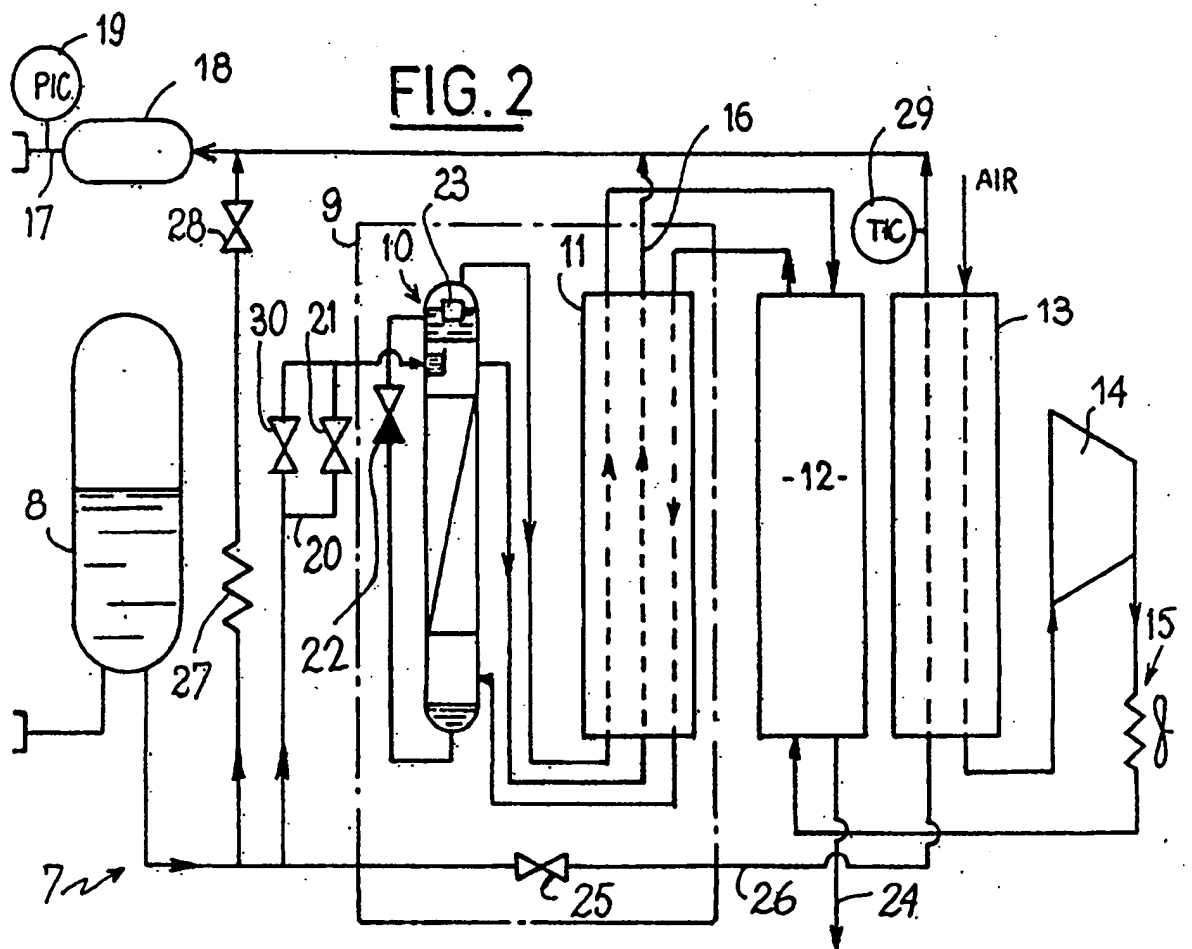
(74) Mandataire : **Le Moenner, Gabriel et al**
L'AIR LIQUIDE, Société Anonyme pour l'étude et l'exploitation des procédés Georges Claude
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) **Procédé et installation de production d'azote gazeux, et système de fourniture d'azote correspondant.**

(57) **On introduit en tête de la colonne (10), dès le démarrage de l'installation, un débit d'azote liquide au moins égal au débit nominal d'azote gazeux, puis on règle le débit d'azote liquide sur une faible fraction de ce débit nominal.**

Application à la production d'azote gazeux à débit variable et modéré.

FIG. 2



La présente invention est relative à la production d'azote gazeux. Elle concerne plus particulièrement la satisfaction de besoins modérés (typiquement 100 à 1000 Nm³/h) et variables en azote à pureté élevée, c'est à dire contenant typiquement moins de 0,1 % d'oxygène. Dans le présent mémoire, les débits considérés sont des débits massiques.

L'azote à pureté élevée est habituellement obtenu par voie cryogénique. Pour les faibles consommations, la construction d'une unité de production autonome classique représente un investissement prohibitif, dans le cas d'installations automatisées, et un investissement plus limité mais des dépenses en personnel élevées dans le cas inverse, ce qui se traduit toujours par un prix de revient élevé de l'azote.

Une solution plus économique consiste à utiliser un évaporateur, c'est-à-dire un réservoir d'azote liquide de grande capacité, par exemple de plusieurs dizaines de milliers de litres, d'où l'azote liquide est soutiré et vaporisé. Cette solution est peu satisfaisante du point de vue énergétique, car l'énergie frigorifique contenue dans l'azote liquide est perdue, et, en outre, elle nécessite la présence à une distance relativement faible d'une unité de production d'azote liquide, pour que le coût du ravitaillement de l'évaporateur par camion-citerne reste modéré.

L'invention a pour but de fournir une technique permettant de produire des quantités variables et modérées d'azote gazeux à coût réduit, à des distances accrues d'une unité de production d'azote liquide.

A cet effet, l'invention a pour but un procédé de production d'azote gazeux à débit variable au moyen d'une installation de distillation d'air comprenant une colonne de distillation d'air du type HPN adaptée pour produire un débit nominal d'azote gazeux et dont la tête est reliée à une source d'azote liquide, caractérisé par le fait que l'on introduit en tête de la colonne, dès le démarrage de l'installation, un débit d'azote liquide au moins égal au débit nominal d'azote gazeux, puis on régule le débit d'azote liquide sur une faible fraction de ce débit nominal.

Dans le présent mémoire, on entend par "colonne de distillation d'air du type HPN" une simple colonne de distillation munie d'un condenseur de tête. Dans une telle colonne, l'air à traiter, comprimé sous une pression de l'ordre de 6 à 12 bars, épuré en eau et en CO₂ et refroidi au voisinage de son point de rosée, est introduit à la base de la colonne. Le "liquide riche" (air enrichi en oxygène) recueilli en cuve de colonne est détendu et vaporisé dans le condenseur de tête, puis évacué en tant que résiduaire. L'azote gazeux produit est soutiré en tête de colonne.

Suivant des caractéristiques avantageuses de l'invention :

- on introduit ledit débit nominal pendant un temps au moins égal à une durée prédéterminée et suffisant pour garantir un niveau prédéterminé

de liquide réfrigérant dans le condenseur de tête de la colonne ;

- pour produire un débit d'azote gazeux supérieur au débit nominal, on vaporise à l'extérieur de la colonne un débit d'appoint d'azote liquide provenant de ladite source ;

- au moins une partie du débit d'appoint est vaporisé par échange de chaleur avec l'air entrant, en amont de l'entrée de cet air dans le compresseur de l'installation.

L'invention a également pour objet une installation de production d'azote gazeux à débit variable destinée à la mise en oeuvre d'un tel procédé. Cette installation, du type comprenant une colonne de distillation d'air du type HPN et un réservoir d'azote liquide relié par une conduite de liquide à la tête de la colonne, est caractérisée en ce que ladite conduite est équipée de moyens de commande de débit adaptés d'une part pour laisser passer un fort débit de liquide au moins égal au débit nominal d'azote gazeux de la colonne, et d'autre part pour réguler le débit de liquide sur une valeur moyenne égale à une faible fraction de ce débit nominal.

L'invention a encore pour objet un système de fourniture d'azote gazeux à de multiples utilisateurs, ce système comprenant :

- une unité de production d'azote liquide ;
- au moins un camion-citerne ;
- dans un premier rayon autour de l'unité de production, une série d'évaporateurs d'azote liquide pouvant être ravitaillés par le camion-citerne ; et
- entre le premier rayon et un second rayon supérieur au premier, une série d'installations telles que définies ci-dessus, les réservoirs de ces installations pouvant être ravitaillés par le camion-citerne.

Un exemple de mise en oeuvre de l'invention va maintenant être décrit en regard des dessins annexés, sur lesquels :

- la Fig. 1 illustre schématiquement un système de production d'azote gazeux conforme à l'invention ;
- la Fig. 2 représente schématiquement une installation conforme à l'invention ; et
- la Fig. 3 est un diagramme illustrant le procédé suivant l'invention.

Le système de fourniture d'azote gazeux représenté à la Fig. 1 comprend essentiellement :

- une unité 1 de production d'azote liquide ;
- dans un rayon R1 autour de cette unité, un certain nombre d'évaporateurs d'azote liquide 2, constitués chacun d'un stockage d'azote liquide 3 de grande capacité équipé d'une conduite de soutirage de liquide 4 reliée à une conduite d'utilisation 5 via un vaporiseur 6, par exemple du type atmosphérique. De tels évaporateurs sont bien connus dans la technique ;
- entre le rayon R1 et un rayon R2 > R1 autour de

l'unité 1, un certain nombre d'installations 7 telles que celles de la Fig. 2, chacune de ces installations comprenant un réservoir d'azote liquide 8 ;
 - au moins un camion-citerne 9, et généralement une flottille de tels camions, adapté pour ravitailler en azote liquide produit par l'unité 1 les évaporateurs 2 et les réservoirs 8 des installations 7 ; et éventuellement

- un système de télétransmission (non représenté) reliant chaque évaporateur 2 et chaque installation 7 à l'unité 1 pour assurer la gestion des livraisons d'azote liquide par le ou les camions-citernes.

L'installation 7 représentée à la Fig. 2 comprend essentiellement :

- le réservoir 8 précité ;
- une boîte froide 9 contenant d'une part une colonne de distillation d'air 10 du type HPN (High Purity Nitrogen), d'autre part une ligne d'échange thermique 11 ;
- un appareil 12 d'épuration d'air par adsorption ;
- un échangeur de chaleur auxiliaire 13 ;
- un compresseur d'air 14 ; et
- un aéroréfrigérant 15.

Le fonctionnement de l'installation 7 va maintenant être décrit en regard des Fig. 2 et 3. Sur le diagramme de la Fig. 3, on a porté en abscisses le temps t , et en ordonnées plusieurs paramètres, dont la signification apparaîtra dans la suite.

On s'intéresse d'abord au fonctionnement nominal de l'installation, c'est-à-dire à un régime permanent où la colonne 10 produit via la conduite de soutirage 16, piquée en tête de colonne, un débit d'azote gazeux constant égal au débit nominal DN pour lequel la colonne est conçue. La conduite 16 débouche dans une conduite d'utilisation 17 équipée d'une capacité tampon 18 et, en aval de celle-ci, d'un capteur de pression 19.

Dans ce fonctionnement (correspondant à $t < t_0$ sur la Fig. 3), la consommation d'azote C (Fig. 3(a)) est constante et égale au débit nominal DN, et le capteur 19 indique une pression constante P (Fig. 3 (e)). Via une conduite 20 équipée d'une électrovanne 21 de régulation en tout ou rien, un débit moyen faible d'azote liquide, égal par exemple à environ 5 % de DN (Fig. 3(b)), est introduit en tête de la colonne 10 et sert à assurer le maintien en froid et également à augmenter le taux de reflux de la colonne. L'échangeur 13 est inactif. L'air entrant, comprimé par le compresseur 14, prérefroidi par l'aéroréfrigérant 15, épuré dans l'appareil 12 et refroidi jusqu'au voisinage de son point de rosée dans la ligne d'échange 11, est introduit à la base de la colonne 10. Le liquide riche recueilli en cuve de colonne est détendu dans une vanne de détente 22, vaporisé dans le condenseur de tête 23 de la colonne, réchauffé à contre-courant de l'air dans la ligne d'échange, puis utilisé pour régénérer l'appareil 12 avant d'être évacué via une conduite 24 en tant

que gaz résiduaire de l'installation.

On supposera qu'à l'instant t_0 , la consommation (ou demande) d'azote gazeux commence à augmenter (Fig. 3(a)). La pression en 19 diminue (Fig. 3(e)), ce qui déclenche l'ouverture d'une vanne 25 prévue dans une conduite 26 qui relie le fond du réservoir 8 au bout froid de l'échangeur 13. Un débit DV¹ d'azote (Fig. 3(c)) est ainsi vaporisé en refroidissant à contre-courant l'air entrant jusqu'à une température modérée, par exemple de l'ordre de - 20°C, puis cet azote gazeux est conduit dans la capacité 18. Par suite, le compresseur aspire un débit massique accru d'air, et la production DD (débit distillé) de la colonne augmente (Fig. 3(d)). Simultanément, le débit d'azote liquide admis par la conduite 20 augmente quelque peu (Fig. 3(b)), pour maintenir constant le niveau de liquide riche dans le condenseur 23.

Si, de t_1 à t_2 , la consommation continue d'augmenter (Fig. 3(a)), une vaporisation supplémentaire d'azote liquide (Fig. 3(c)) s'effectue dans un vaporisateur auxiliaire 27, par ouverture d'une vanne 28, sans modifier le débit produit par distillation (Fig. 3(d)), puis cet azote gazeux est conduit également dans la capacité 18. Cette ouverture de la vanne 28 se produit lorsque la pression atteint une valeur basse P1 (Fig. 3(e)). Le débit total vaporisé DV2, somme des débits vaporisés dans l'échangeur 13 et dans le vaporisateur 27, correspond à l'appoint d'azote nécessaire pour satisfaire la demande. Cette vaporisation d'azote liquide ramène la pression en 19 à la valeur nominale P (Fig. 3(e)).

Il est à noter qu'après un certain temps, un début de givrage peut se produire dans l'échangeur 13. Ceci est détecté par un capteur de température 29 disposé sur la sortie d'azote de cet échangeur et provoque la fermeture de la vanne 25.

Lorsque, après une phase de stabilisation (de t_2 à t_3), la consommation baisse, la pression en 19 monte, ce qui déclenche l'arrêt de la vaporisation d'azote (fermeture des vannes 25 et 28), puis, quand la pression atteint une valeur haute P2, l'arrêt de l'installation, notamment du compresseur 14 (instant t_4).

Lorsque la consommation d'azote gazeux reprend (instant t_5), la pression baisse, et lorsqu'elle atteint la valeur nominale P1 (instant t_6), une électrovanne de démarrage 30, montée en by-pass de l'électrovanne 21 et normalement fermée, s'ouvre. Cette électrovanne 30 est adaptée pour, en position ouverte, laisser passer un débit d'azote liquide au moins égal au débit nominal DN. Sa fermeture a lieu lorsque deux conditions sont remplies :

(a) un temps prédéterminé T s'est écoulé depuis son ouverture ; et

(b) le niveau du liquide riche dans le condenseur 23 est au moins égal à une valeur prédéterminée.

Le temps T est déterminé de façon à assurer que, quel que soit l'état, chaud ou froid, de l'installation au moment du redémarrage, la mise en froid et la charge

correcte de liquide à chaque niveau de la colonne sont obtenus. On peut par exemple choisir un temps T de l'ordre de 2 minutes.

L'électrovanne 30 se ferme ainsi à l'instant t_7 indiqué sur la Fig. 3.

On a également représenté à la Fig. 3 des instant $t_8 < t_7$ et $t_9 > t_7$ pour lesquels, respectivement, la consommation C augmente au delà de la valeur nominale puis se stabilise, les mêmes phénomènes que décrits ci-dessus se reproduisant alors automatiquement (vaporisation d'azote et variations de la pression et du débit d'azote produit par la colonne).

On voit donc que l'installation peut très facilement fonctionner de façon entièrement automatique malgré une structure et des moyens d'automatisation très peu coûteux. En particulier, dès le démarrage, un débit d'azote au moins égal à la demande est vaporisé dans la colonne, ce qui assure à la fois l'apport de froid nécessaire et la production d'azote gazeux demandée, et de plus empêche l'air entrant de monter dans la colonne. Par suite, l'azote arrivant dans la capacité 18 a immédiatement la pureté requise.

En variante, les deux électrovannes 21 et 30 peuvent être remplacées par une vanne cryogénique unique à débit variable.

On remarque que l'installation n'a besoin, pour fonctionner, que d'un branchement électrique, ce qui a été symbolisé sur la Fig. 1.

Revendications

1. Procédé de production d'azote gazeux à débit variable au moyen d'une installation de distillation d'air (7) comprenant une colonne (10) de distillation d'air du type HPN adaptée pour produire un débit nominal (DN) d'azote gazeux et dont la tête est reliée à une source d'azote liquide (8), caractérisé en ce qu'on introduit en tête de la colonne, dès le démarrage de l'installation, un débit d'azote liquide au moins égal au débit nominal (DN) d'azote gazeux, puis on régule le débit d'azote liquide sur une faible fraction de ce débit nominal.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit ledit débit nominal (DN) pendant un temps au moins égal à une durée prédéterminée et suffisant pour garantir un niveau prédéterminé de liquide réfrigérant dans le condenseur de tête (23) de la colonne (10).
3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que pour produire un débit d'azote gazeux supérieur au débit nominal (DN), on vaporise à l'extérieur de la colonne un débit d'appoint d'azote liquide provenant de ladite source (8).
4. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce qu'au moins une partie du débit d'appoint est vaporisé par échange de chaleur avec l'air entrant, en amont de l'entrée de cet air dans le compresseur (14) de l'installation.
5. Installation de production d'azote gazeux à débit variable, du type comprenant une colonne de distillation d'air (10) du type HPN et un réservoir d'azote liquide (8) relié par une conduite de liquide (20) à la tête de la colonne, caractérisée en ce que ladite conduite (20) est équipée de moyens de commande de débit (21, 30) adaptés d'une part pour laisser passer un fort débit de liquide au moins égal au débit nominal (DN) d'azote gazeux de la colonne, et d'autre part pour réguler le débit de liquide sur une valeur moyenne égale à une faible fraction de ce débit nominal.
6. Installation suivant la revendication 5, caractérisée en ce que lesdits moyens de commande de débit comprennent, en parallèle, d'une part une première électrovanne (30) adaptée pour laisser passer, en position ouverte, ledit fort débit de liquide, et d'autre part une seconde électrovanne (21) adaptée pour laisser passer, en position ouverte, un débit de liquide nettement plus faible.
7. Installation suivant la revendication 5 ou 6, caractérisée en ce qu'elle comprend une conduite de vaporisation d'azote d'appoint reliant le fond du réservoir (8) à une conduite de production (17) de l'installation via un vaporiseur (13, 27).
8. Installation suivant la revendication 7, caractérisée en ce que le vaporiseur comprend un échangeur de chaleur (13) traversé d'une part par l'azote à vaporiser, d'autre part par l'air entrant, avant l'entrée de celui-ci dans le compresseur (14) de l'installation.
9. Système de fourniture d'azote gazeux à de multiples utilisateurs, caractérisé en ce qu'il comprend :
 - une unité (1) de production d'azote liquide ;
 - au moins un camion-citerne (9) ;
 - dans un premier rayon (R1) autour de l'unité de production, une série d'évaporateurs d'azote liquide (2) pouvant être ravitaillés par le camion-citerne ; et
 - entre le premier rayon (R1) et un second rayon (R2) supérieur au premier, une série d'installations (7) conformes à l'une quelconque des revendications 5 à 8, les réservoirs (8) de ces installations pouvant être ravitaillés par le camion-citerne.

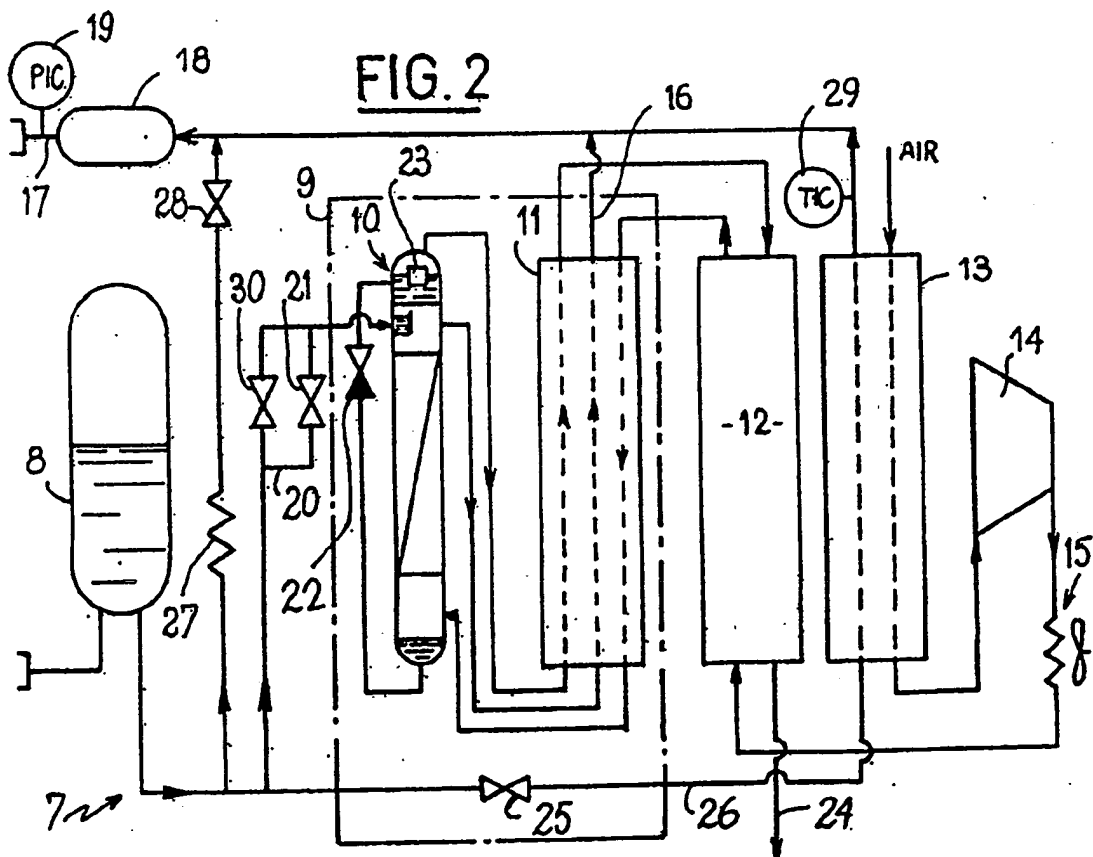
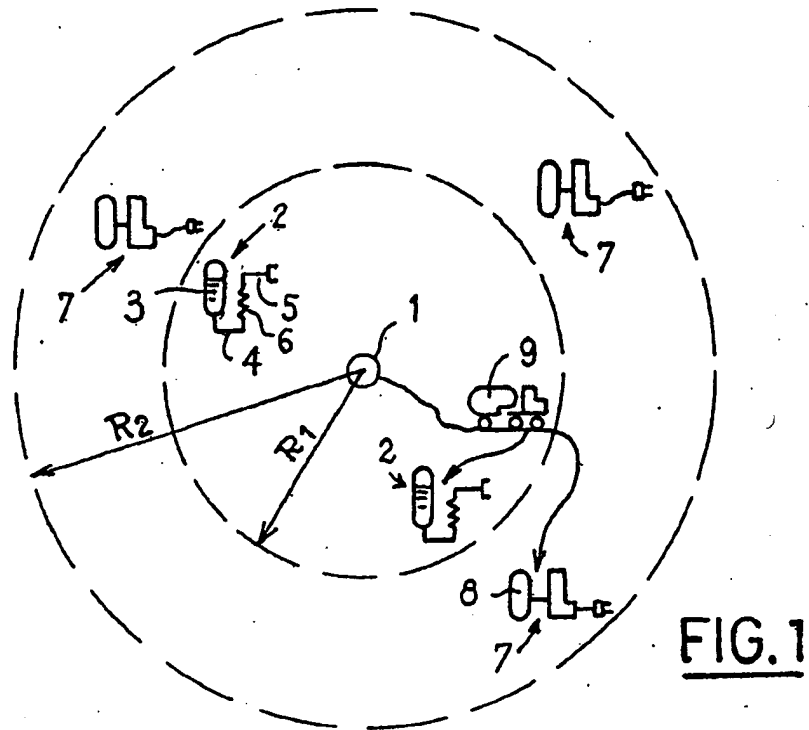
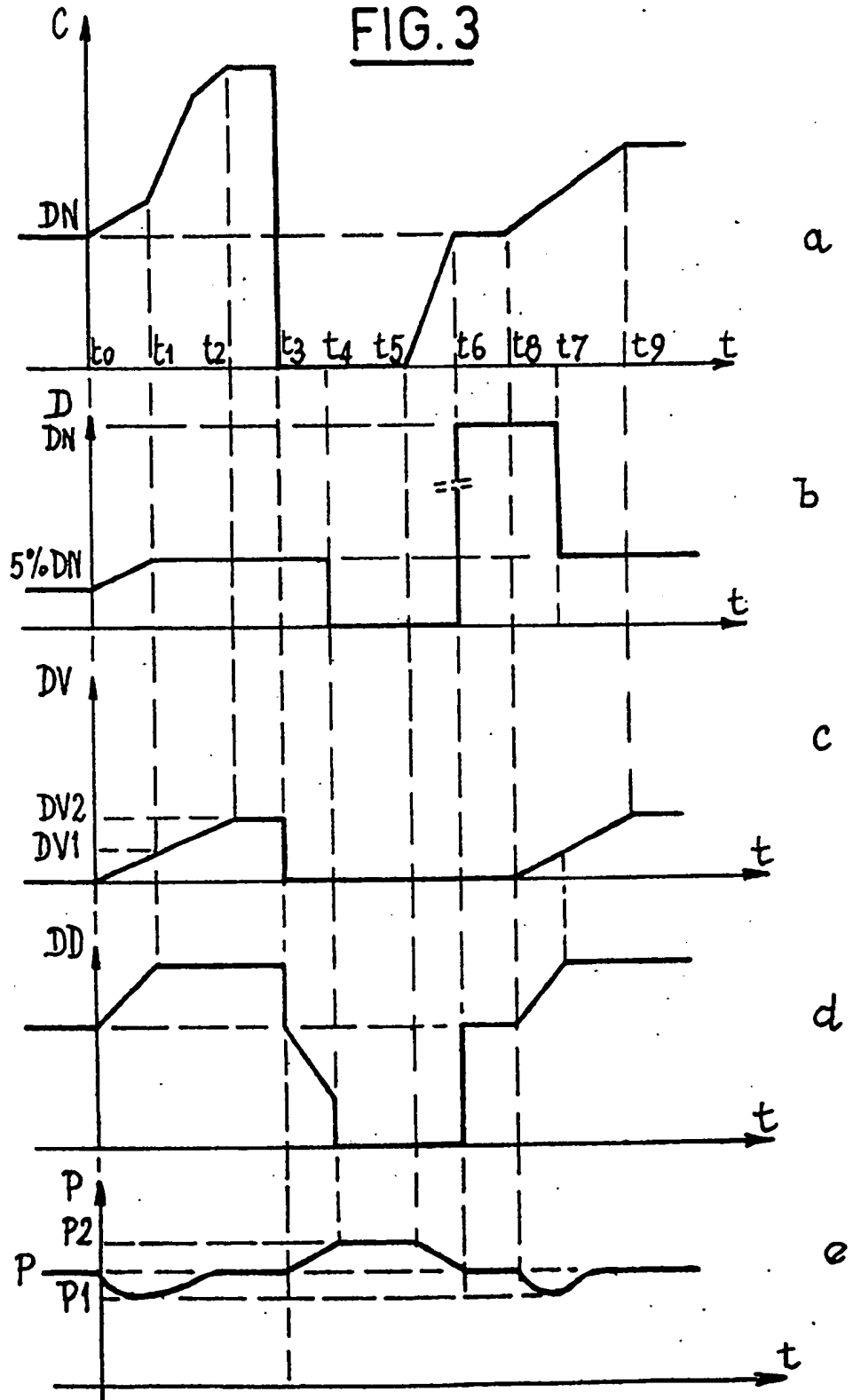


FIG. 3





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 0784

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
X	EP-A-0 190 355 (DAIDOUSANSO) * Page 10, ligne 23 - page 11, ligne 9; page 13, lignes 6-12; page 13, ligne 18 - page 15, ligne 14; figure 1 *	1-4	F 25 J 3/04
Y		5,7	
A		8	

X	FR-A-2 225 705 (CRYOPLANTS LTD) * Page 2, lignes 1-14; page 3, lignes 20-24; page 4, lignes 12-19; page 5, ligne 36 - page 6, ligne 7 *	1,2	
Y		5,7	
A		6	

Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			F 25 J
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 09-07-1991	Examinateur MARZENKE J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons A : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**